

ICS 65.100.30
G 25
备案号: 53282—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4931—2016

嘧菌酯水分散粒剂

Azoxystrobin water dispersible granules

2016-01-15 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 要求 1

4 试验方法 2

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期 8

附录 A（资料性附录） 噻菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数 9

附录 B（资料性附录） 噻菌酯的液相色谱测定方法 10

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会 (SAC/TC133) 归口。

本标准起草单位：深圳诺普信农化有限公司、上虞颖泰精细化工有限公司、安徽丰乐农化有限公司、江阴苏利化工有限公司、陕西美邦农药有限公司、江苏耘农化工有限公司、江苏维尤纳特精细化工有限公司、利民化工股份有限公司、上海禾本药业有限公司、绩溪农华生物科技有限公司、江苏长青农化股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：侯春青、邢红、骆风华、孙久社、王毅、汪静莉、雷澍瑛、于康平、袁欣、王信然、汪青松、高华清、吉瑞香、李谱超、李欧燕。

嘧菌酯水分散粒剂

1 范围

本标准规定了嘧菌酯水分散粒剂的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由嘧菌酯原药、载体和助剂加工而成的嘧菌酯水分散粒剂。

注：嘧菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 1600 农药水分测定方法
- GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法（mod ISO 3696:1987）
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 14825—2006 农药悬浮率测定方法
- GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法
- GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应是由符合标准的嘧菌酯原药与填料和必要的助剂等组成的均匀混合物，它是以颗粒的形式在水中崩解和分散后使用，应是干燥的，能自由流动，基本无粉尘，无可见的外来杂质和硬块。

3.2 技术指标

嘧菌酯水分散粒剂还应符合表 1 的要求。

表 1 噻菌酯水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标				
噻菌酯质量分数/%	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}	25.0 ^{+1.5} _{-1.5}	50.0 ^{+2.5} _{-2.5}	70.0 ^{+2.5} _{-2.5}	80.0 ^{+2.5} _{-2.5}
水分/% ≤	3.0				
pH 值范围	6.0~9.0				
悬浮率/% ≥	70				
润湿时间/s ≤	30				
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/% ≥	99				
粉尘 ^a	基本无粉尘				
耐磨性 ^a ≥	90				
分散性/% ≥	80				
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL ≤	60				
热贮稳定性 ^a	合格				
^a 正常生产时,粉尘、耐磨性、热贮稳定性试验每 3 个月至少测定一次。					

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“固体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于 600 g。

4.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与噻菌酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中噻菌酯的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

液相色谱法——本鉴别试验可与噻菌酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中噻菌酯的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

当用以上方法对有效成分鉴定有疑问时，可采用其他有效方法进行鉴别。

4.4 噻菌酯质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解。以邻苯二甲酸二癸酯为内标物，使用 HP-1701 毛细管柱和氢火焰离子化

检测器对试样中的噻菌酯进行气相色谱分离和测定。噻菌酯质量分数的测定也可采用液相色谱法，色谱操作条件参见附录 B。当发生质量争议时，以气相色谱法为仲裁法。

4.4.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

噻菌酯标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二癸酯，应不含有干扰色谱分析的杂质。

内标溶液：称取邻苯二甲酸二癸酯 4 g（精确至 0.000 1 g）于 500 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解定容，摇匀，备用。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱：HP-1701 30 m×0.32 mm (i. d.) 毛细管柱，液膜厚 0.25 μm 。

微量进样器：10 μL 。

4.4.4 色谱操作条件

温度：柱室 270 $^{\circ}\text{C}$ ，汽化室 280 $^{\circ}\text{C}$ ，检测器室 300 $^{\circ}\text{C}$ ；

气体流量：载气（ N_2 ）2.0 mL/min，氢气 30 mL/min，空气 300 mL/min；

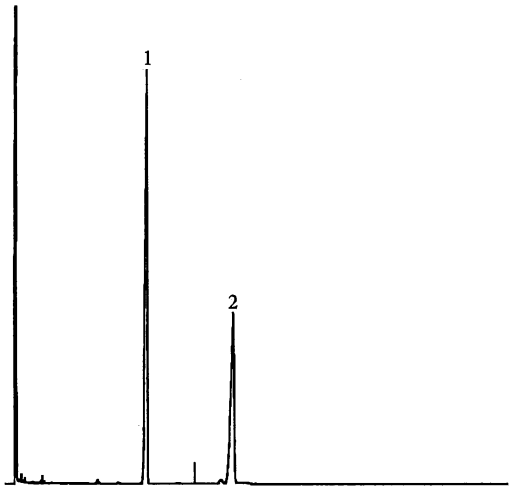
分流比：30 : 1；

进样量：1.0 μL ；

保留时间：噻菌酯约 18.4 min，邻苯二甲酸二癸酯约 11.6 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当的调整，以期获得最佳效果。

典型的噻菌酯水分散粒剂中噻菌酯与内标物的气相色谱图见图 1。



说明：

1——邻苯二甲酸二癸酯；

2——噻菌酯。

图 1 噻菌酯水分散粒剂中噻菌酯与内标物的气相色谱图

HG/T 4931—2016

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

称取噻菌酯标样 0.05 g（精确至 0.000 1 g）于一具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的配制

称取含噻菌酯 0.05 g（精确至 0.000 1 g）的试样于一具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 5 mL 内标溶液，超声波振荡 5 min，摇匀，过滤。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值的重复性。待相邻两针相对响应值变化小于 1.5 % 时，按照下列顺序进行气相色谱分析：标样溶液，试样溶液，试样溶液，标样溶液。

4.4.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中的噻菌酯与内标物峰面积之比分别进行平均。

噻菌酯质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_1 ——试样中噻菌酯质量分数，以 % 表示；
- r_2 ——两针试样溶液中噻菌酯与内标物峰面积之比的平均值；
- m_1 ——噻菌酯标样的质量的数值，单位为克（g）；
- w ——标样中噻菌酯质量分数，以 % 表示；
- r_1 ——两针标样溶液中噻菌酯与内标物峰面积之比的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.4.7 允许差

噻菌酯质量分数两次平行测定结果之差，20 %、25 % 水分散粒剂应不大于 0.5 %，50 %、70 %、80 % 水分散粒剂应不大于 1.0 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中“共沸蒸馏法”进行。

4.6 pH 值范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。称取含噻菌酯 0.5 g 的试样（精确至 0.000 2 g），将剩余的

1/10 悬浮液及沉淀物于 105℃±2℃烘箱中烘干，恢复至室温后按 4.4 测定噻菌酯的质量，计算其悬浮率。

4.8 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.9 湿筛试验

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

4.10 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行。

4.11 耐磨性的测定

4.11.1 方法提要

首先将样品过 125 μm 标准筛，将已知质量的筛好样品放入玻璃瓶中，放置在转动装置上。转动一定时间后，将瓶中样品再次经过 125 μm 标准筛，称量留在筛上的样品质量。

4.11.2 仪器

带有至少两个转动轮的转动装置（见图 2）。

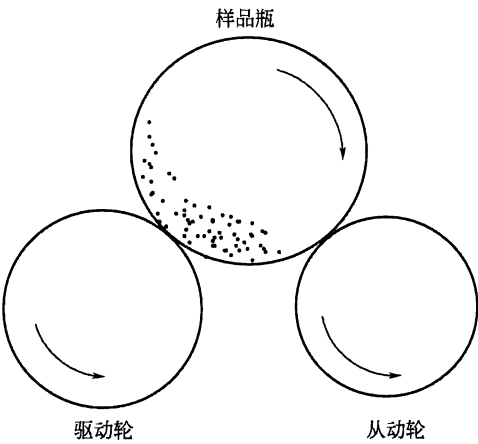


图 2 样品瓶和转轮系统（侧视图）

小型振筛机：托盘直径或边长小于 20 cm，旋涡式振动，运动距离 4.5 mm，频率 300 r/min～500 r/min。

试验筛：125 μm，带盖和接收盘。

玻璃瓶：500 mL，带盖，外口径 8.0 cm，高约 15 cm。

表面皿。

软刷。

带橡胶头玻璃棒。

秒表。

HG/T 4931—2016

4.11.3 测定步骤

测试前首先将样品在其包装物内前后 180° 翻转 5 次以混匀。称取约 60 g 样品（要保证筛后试验用样品量不少于 50 g），转移到 125 μm 试验筛上，在振筛机上振动 3 min。

准确称量 50.0 g（精确到 0.1 g）筛选后的样品，放入玻璃瓶中，封好瓶口，将其水平放在转轴上（见图 2），转速为 75 r/min~125 r/min，转动 4500 r。

把 125 μm 试验筛放到接收盘上，小心地转移玻璃瓶里的样品到 125 μm 试验筛上，同时用刷子或（和）玻璃棒除去留在玻璃盖和玻璃瓶表面的样品，一起置于 125 μm 试验筛上，筛子盖上盖，放在振筛机上振动 3 min。取下筛子，去掉盖子，转移筛子上的物质到表面皿上，轻敲筛子边框 5 次，刷筛子下表面，丢弃该部分；然后刷上表面，反转筛子，将刷下来的样品合并至表面皿上。称量表面皿上样品质量。

4.11.4 计算

试样的耐磨性按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w_2 ——试样的耐磨性，以 % 表示；
- m_2 ——留在试验筛上样品的质量的数值，单位为克（g）；
- m_1 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.12 分散性的测定

4.12.1 方法提要

将一定量的水分散粒剂加入规定的水中，搅拌混合，制成悬浮液，静置一段时间后，去除顶部 9/10 的悬浮液，将底部 1/10 的悬浮液和沉淀烘干，用重量法进行测定。

4.12.2 试剂和仪器

- 标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ， $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ ，按 GB/T 14825—2006 配制。
- 烧杯：1000 mL，内径为 $102 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$ 。
- 电动搅拌机：可控制速度 $0 \text{ r/min} \sim 1\,000 \text{ r/min}$ 。
- 不锈钢搅拌棒：带有 4 个固定搅拌叶片的螺旋桨式搅拌棒，叶片之间角度为 45° （见图 3）。
- 旋转真空蒸发器。
- 秒表。

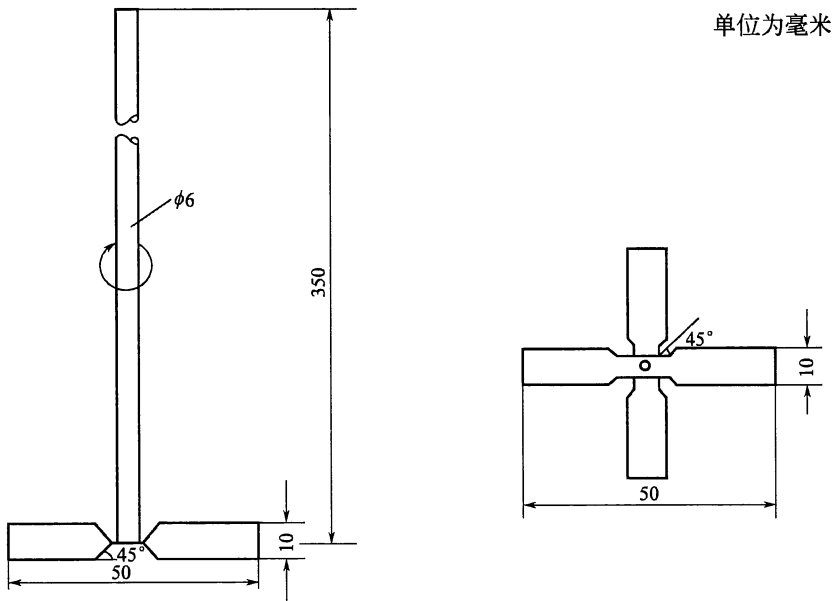


图 3 不锈钢搅拌棒

4.12.3 测定步骤

在 20℃±1℃下，于烧杯中加入 900 mL 标准硬水。将搅拌棒固定在烧杯中央，搅拌棒叶片距烧杯底部 15 mm，搅拌棒叶片间距和旋转方向能保证搅拌棒推进液体向上翻腾，以 300 r/min 的速度开启搅拌器。将 9 g 水分散粒剂样品（精确至 0.1 g）加入搅拌的水中，继续搅拌 1 min。关闭搅拌，让悬浮液静置 1 min。抽出 9/10 的悬浮液（810 mL），整个操作应在 30 s~60 s 内完成，并保持玻璃细管的尖端始终在液面下且尽量不搅动悬浮液。用旋转真空蒸发器蒸掉 90 mL 剩余悬浮液中的水分，在 60℃~70℃下干燥至恒重，称量（精确至 0.1 g）。

4.12.4 计算

试样的分散性按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{10(m - m_1)}{9m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- w₃——试样的分散性，以%表示；
- m——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- m₁——干燥后残余物的质量的数值，单位为克（g）。

4.13 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.14 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热贮后啞菌酯质量分数应不低于贮前的 95%，悬浮率仍符合标准要求为合格。

4.15 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签和包装

嘧菌酯水分散粒剂应用镀铝塑料袋或复合铝膜袋包装，每袋净含量一般为 50 g、100 g。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.2 贮运

嘧菌酯水分散粒剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口、鼻吸入。

5.3 安全

本品属低毒制剂。可经皮肤渗入。使用本品时要避免与皮肤接触，施药后应用肥皂和清水冲洗。中毒者应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，嘧菌酯水分散粒剂的保证期从生产日期起为 2 年。

附 录 A

(资料性附录)

啉菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数

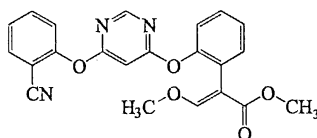
本产品有效成分啉菌酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: azoxystrobin

CAS 登记号: 131860-33-8

化学名称: (*E*)-{2-[6-(2-氰基苯氧基)嘧啶-4-基氧]苯基}-3-甲氧基丙烯酸甲酯

结构式:



实验式: $C_{22}H_{17}N_3O_5$

相对分子质量: 403.4

生物活性: 杀菌

熔点: 114 °C ~ 116 °C

溶解度 (20 °C): 水中 6 g/L; 微溶于己烷、正辛醇, 溶于甲醇、甲苯、丙酮, 易溶于乙酸乙酯、乙腈、二氯甲烷

稳定性: 水溶液中光解半衰期为 11 d ~ 17 d

附 录 B

(资料性附录)

噻菌酯的液相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用甲醇溶解。以乙腈+水+磷酸为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 254 nm 下对试样中的噻菌酯进行反相高效液相色谱分离和测定，以外标法定量。

B.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级。

乙腈：色谱级。

磷酸。

水：新蒸二次蒸馏水。

噻菌酯标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

B.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm \times 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μ m C_{18} 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

微量进样器：50 μ L。

定量进样管：5 μ L。

超声波清洗器。

B.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ [乙腈：水（磷酸调 pH=2.5）]=45：55，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

柱温：室温（温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C）；

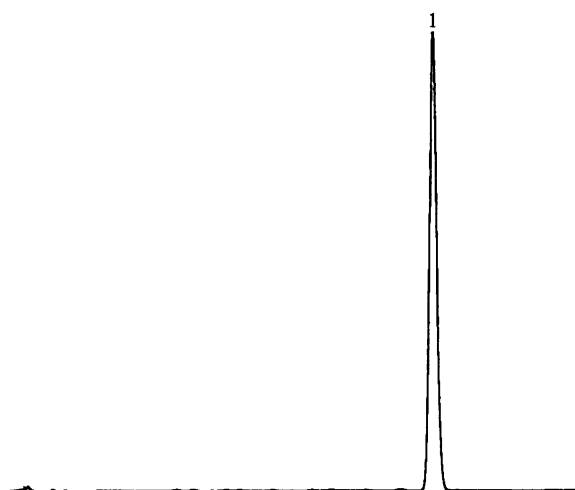
检测波长：254 nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：噻菌酯约 23.4 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。

典型的噻菌酯水分散粒剂的高效液相色谱图见图 B.1。



说明:

1———嘧菌酯。

图 B.1 嘧菌酯水分散粒剂的高效液相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 2 g) 嘧菌酯标样于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 超声波振荡 5 min 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含嘧菌酯 0.1 g (精确至 0.000 2 g) 的试样于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 超声波振荡 5 min 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。过滤。

B.5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针嘧菌酯峰面积相对变化小于 1.5 % 后, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

B.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中嘧菌酯峰面积分别进行平均。

试样中嘧菌酯质量分数按公式 (B.1) 计算:

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

w_1 ——试样中嘧菌酯质量分数, 以 % 表示;

A_2 ——试样溶液中嘧菌酯峰面积的平均值;

m_1 ——嘧菌酯标样的质量的数值, 单位为克 (g);

w ——标样中噻菌酯质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中噻菌酯峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

B.7 允许差

噻菌酯质量分数两次平行测定结果之差，20 %、25 %水分散粒剂应不大于 0.5 %，50 %、70 %、80 %水分散粒剂应不大于 1.0 %，取其算术平均值作为测定结果。
